

PCT/JP 2004/008624

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

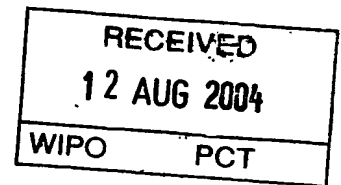
18. 6. 2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 9 月 2 6 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 3 3 6 0 1 5
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 3 3 6 0 1 5]



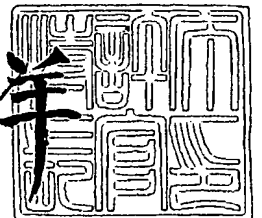
出 願 人 日立化成工業株式会社
Applicant(s):

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 4 年 7 月 3 0 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川 洋



出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 0 6 7 6 0 7

【書類名】 特許願
【整理番号】 H15-005440
【提出日】 平成15年 9月26日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 C03B 5/08
G02B 1/02

【発明者】
【住所又は居所】 茨城県つくば市和台 4 8 日立化成工業株式会社 総合研究所内
【氏名】 住谷 圭二

【発明者】
【住所又は居所】 茨城県つくば市和台 4 8 日立化成工業株式会社 総合研究所内
【氏名】 ナチムス セングットバン

【発明者】
【住所又は居所】 茨城県ひたちなか市大字足崎字西原 1 3 8 0 - 1 日立化成工業株式会社 山崎事業所内
【氏名】 石橋 浩之

【特許出願人】
【識別番号】 000004455
【氏名又は名称】 日立化成工業株式会社

【代理人】
【識別番号】 100088155
【弁理士】
【氏名又は名称】 長谷川 芳樹

【選任した代理人】
【識別番号】 100092657
【弁理士】
【氏名又は名称】 寺崎 史朗

【手数料の表示】
【予納台帳番号】 014708
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】
【物件名】 特許請求の範囲 1
【物件名】 明細書 1
【物件名】 図面 1
【物件名】 要約書 1

【書類名】 特許請求の範囲**【請求項 1】**

単結晶を育成するためのルツボにおいて、
種結晶を收容する垂直方向に延びる有底の種結晶收容部と、
単結晶の原料を收容する原料收容部であって、前記種結晶收容部の上方に配置され、前記種結晶收容部と連通する前記原料收容部と、
前記種結晶收容部の内部温度を検出するための温度検出手段とを備えることを特徴とするルツボ。

【請求項 2】

前記温度検出手段が熱電対であり、前記熱電対が前記種結晶收容部の壁面の近傍位置に配置されていることを特徴とする請求項 1 に記載のルツボ。

【請求項 3】

前記熱電対が複数個あり、垂直方向に互いに隔離して配置されていることを特徴とする請求項 2 に記載のルツボ。

【請求項 4】

2 個の前記熱電対のうち一方が、前記種結晶收容部の深さの 25～50% に相当する高さだけ前記種結晶收容部の底端の高さ位置から上方の位置に配置され、他方が、前記種結晶收容部の深さの 60～80% に相当する高さだけ前記種結晶收容部の底端の高さ位置から上方の位置に配置されていることを特徴とする請求項 3 に記載のルツボ。

【請求項 5】

請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載のルツボを用意するステップと、
前記種結晶收容部にフッ化カルシウムの種結晶を收容するステップと、
前記原料收容部に前記フッ化カルシウムの単結晶の原料を收容するステップと、
前記ルツボを、内部が垂直方向に所定の温度勾配をもって加熱される結晶成長装置の炉内に配置し、該ルツボを加熱して前記原料收容部に收容された原料及び前記種結晶收容部に收容された種結晶を、上方から下方へと漸次溶融するステップと、
前記ルツボの加熱中に前記温度検出手段により前記種結晶收容部の内部温度を検出するステップと、

前記温度検出手段により検出された前記種結晶收容部の内部温度に基づき、前記種結晶收容部に收容された種結晶の溶融部分と未溶融部分との境界位置が前記種結晶收容部の底端から所定の高さだけ上方の第 1 位置と、前記第 1 位置から所定の高さだけ上方の第 2 位置との間にあると判断された場合に、加熱を終了し、冷却を開始して単結晶を育成するステップと

を含むことを特徴とするフッ化カルシウム単結晶の育成方法。

【請求項 6】

前記第 1 位置が、前記種結晶收容部の深さの 25% に相当する高さだけ前記種結晶收容部の底端から上方の位置であり、前記第 2 位置が、前記種結晶收容部の深さの 80% に相当する高さだけ前記種結晶收容部の底端から上方の位置であることを特徴とする請求項 5 に記載のフッ化カルシウム単結晶の育成方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】ルツボ、及び、ルツボを用いたフッ化カルシウム単結晶の育成方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、単結晶を育成するためのルツボ、及び、ルツボを用いたフッ化カルシウム (CaF_2) 単結晶の育成方法に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、フッ化カルシウムの単結晶を製造する方法として垂直ブリッジマン（以下、VBと略記する）法が知られている。VB法は、フッ化カルシウムの原料を収容したルツボをフッ化カルシウムの原料の融点前後の温度勾配を有する結晶成長装置の炉の中で垂直に移動させる方法である。まずルツボを上昇させることによりフッ化カルシウムの原料を溶融させて、次にルツボを徐々に降下させる（すなわち冷却する）ことにより、下部から上部に徐々に結晶化させフッ化カルシウムの単結晶を成長させる方法である。なお、ルツボを昇温させずに結晶成長装置のヒータの温度制御のみでフッ化カルシウムの原料を溶融する方法もある。

【0003】

このようなVB法で使用されるルツボとしては、例えば特許文献1のルツボが挙げられる。特許文献1のルツボは、原料収容部と、原料収容部の下側に配置された種結晶収容部とで構成されている。そして、種結晶収容部内に収容される種結晶の未溶融部分を種として単結晶を成長させることで、結晶方位の一定化を図ることができる。すなわち、種結晶収容部内の種結晶が全て溶融されると方位制御が全くできなくなる。一方、種結晶収容部の上端部近傍の種結晶だけが溶融された場合も、所望の結果を得ることができないことが分かっている。このような背景から、種結晶収容部の中間部近傍までの種結晶が溶融されると、その後の単結晶の育成が好適に行われることが経験的に知られている。そこで、従来、結晶成長装置のヒータの温度制御等を行い、種結晶収容部の中間部近傍までの種結晶を溶融するように調節を行っている。

【特許文献1】特開平10-265296号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかしながら、材料の成分の相違や結晶成長炉内の真空度、冷却水でルツボの冷却を制御している場合には冷却水の温度等により、種結晶収容部内の種結晶を常に所望の位置まで溶融することが困難であった。このため、種結晶収容部内の種結晶を所望の位置まで溶融し、所望の単結晶が得られるようにするためには、試行錯誤を繰り返さなければならなかった。

【0005】

本発明は、上記事情に鑑みてなされたものであり、種結晶の溶融部分と未溶融部分との境界位置を容易に定めることができるルツボを提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0006】

上記目的を達成するために、本発明によるルツボは、単結晶を育成するためのルツボにおいて、種結晶を収容する垂直方向に延びる有底の種結晶収容部と、単結晶の原料を収容する原料収容部であって、種結晶収容部の上方に配置され、種結晶収容部と連通する原料収容部と、種結晶収容部の内部温度を検出するための温度検出手段とを備えることを特徴としている。

【0007】

また、上記のルツボを用いたフッ化カルシウム単結晶の育成方法としては、ルツボを用意するステップと、種結晶収容部にフッ化カルシウムの種結晶を収容するステップと、原料収容部にフッ化カルシウムの単結晶の原料を収容するステップと、ルツボを、内部が垂

直方向に所定の温度勾配をもって加熱される結晶成長装置の炉内に配置し、ルツボを加熱して原料収容部に収容された原料及び種結晶収容部に収容された種結晶を、上方から下方へと漸次溶融するステップと、ルツボの加熱中に温度検出手段により種結晶収容部の内部温度を検出するステップと、温度検出手段により検出された種結晶収容部の内部温度に基づき、種結晶収容部に収容された種結晶の溶融部分と未溶融部分との境界位置が種結晶収容部の底端から所定の高さだけ上方の第1位置と、第1位置から所定の高さだけ上方の第2位置との間にあると判断された場合に、加熱を終了し、冷却を開始して単結晶を育成するステップとを含んでいる。

【0008】

これによれば、温度検出手段によって種結晶収容部の内部温度を検出することができるので、この検出された内部温度に基づいて、種結晶収容部に収容された種結晶の溶融部分と未溶融部分との境界位置を容易に定めることができる。

【0009】

温度検出手段としては熱電対があり、熱電対が種結晶収容部の側面の近傍位置に配置されていることが好適である。これによって熱電対が配置された付近の種結晶の温度を容易に計測することができる。

【0010】

また、熱電対が複数個あり、垂直方向に互いに隔離して配置されていることが好適である。これによって各熱電対の配置と、各熱電対から計測された温度とを基に、種結晶収容部の温度勾配を理解することができる。

【0011】

ここで、2個の熱電対のうち一方が、種結晶収容部の深さの25～50%に相当する高さだけ種結晶収容部の底端の高さ位置から上方の位置に配置され、他方が、種結晶収容部の深さの60～80%に相当する高さだけ種結晶収容部の底端の高さ位置から上方の位置に配置されていることが有効である。この場合、2個の熱電対の配置に挟まれる範囲内で種結晶が溶融されると、その後の単結晶の育成が好適に行われる。そしてこのような状態にあるかどうかは、2個の熱電対から計測される温度の間に種結晶の融点が存在するかどうかで容易に判断できる。

【0012】

フッ化カルシウム単結晶の育成方法においていえば、第1位置が、種結晶収容部の深さの25%に相当する高さだけ種結晶収容部の底端から上方の位置であり、第2位置が、種結晶収容部の深さの80%に相当する高さだけ種結晶収容部の底端から上方の位置であることが有効である。この第1位置と第2位置との範囲内に、種結晶収容部に収容された種結晶の溶融部分と未溶融部分との境界位置が来たとき加熱を終了し、冷却を開始して単結晶を育成すると、未溶融部分の種結晶の結晶面に沿ってフッ化カルシウムの単結晶が好適に育成されるからである。

【発明の効果】

【0013】

上述したような温度検出手段を備えるルツボによると、種結晶収容部に収容された種結晶の溶融部分と未溶融部分との境界位置を容易に定めることができるので、所望のフッ化カルシウムの単結晶をより確実に育成することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0014】

以下、図面を参照して本発明に係るフッ化カルシウム単結晶を育成するためのルツボの実施形態を説明する。参照する図面において、図1は本実施形態に係るルツボを備えた結晶成長装置の概略構造を示す模式図、図2は図1に示した本実施形態に係るルツボの構造を示す断面図である。

【0015】

図1に示すように、本実施形態に係るルツボ1は、VB法による結晶成長装置100としての真空VB炉2内において、主ヒータ2A及び副ヒータ2Bの内側に配置される

。このルツボ1は、シャフト2Bを介して極微速度で上昇されることにより、フッ化カルシウムの原料Mを溶融し、その後シャフト2Bを介して極微速度で下降されることにより、原料Mを冷却して、これをフッ化カルシウムの単結晶からなる種結晶Sの例えば(111)方位の結晶面に沿って単結晶に育成するためのものである。

【0016】

真空VB炉2の内部は、真空ポンプ2Cによって 10^{-4} Pa以下に減圧され、真空VB炉2内の上部は主ヒータ2AAによって例えば1600℃前後に加熱される。また、真空VB炉2内の下部は副ヒータ2ABによって加熱される。この真空VB炉2のシャフト2B内には、後述するウォータジャケット1Gに連通する冷却水通路2D、2Eが形成されている。

【0017】

ここで、図2に示すように、本実施形態のルツボ1は、ルツボ本体1Aと、ルツボ本体1Aの開口部を覆う蓋部材1Bとを備えて構成されている。ルツボ本体1Aは、耐熱性があり、かつ、内面の平滑度を高め、フッ化カルシウムの原料Mとの濡れ性を低くできる材料、すなわち高純度カーボン材を素材として構成されている。また、蓋部材1Bも、耐熱性のある高純度カーボン材で構成されている。

【0018】

ルツボ本体1Aには、フッ化カルシウムの原料M(図1参照)が收容される大径の原料收容部1Dが形成されている。また、ルツボ本体1Aの中心部から底部付近にわたって、例えば円柱状の種結晶S(図1参照)を收容する小径の種結晶收容部1Eがストレートな円形孔として形成されている。そして、原料主要部1Dと種結晶收容部1Eとの間には、原料收容部1Dの底を構成するコーン面1Fが形成されている。また、原料主要部1Dと種結晶收容部1Eとの境界面は、種結晶收容部1Eに挿入された種結晶Sの上端面とし、種結晶Sの長さによって決まるものとする。

【0019】

ルツボ本体1Aの底部には、種結晶收容部1Eに收容された種結晶S(図1参照)の下部を強制冷却して溶融を防止するため、種結晶收容部1Eの下部周辺にウォータジャケット1Gが形成されている。このウォータジャケット1Gは、シャフト2B内の冷却水通路2D、2E(図1参照)に連通して冷却水の循環路を構成している。

【0020】

ここで、原料收容部1Dの壁面1Hとコーン面1Fとの境界部分には凹曲面1Jが形成され、この凹曲面1Jを介して原料收容部1Dの壁面1Hとコーン面1Fとが滑らかに連続している。また、コーン面1Fと種結晶收容部1Eの壁面1Kとの間には凸曲面1Lが形成され、この凸曲面1Lを介してコーン面1Fと種結晶收容部1Eの壁面1Kとが滑らかに連続している。

【0021】

原料收容部1Dの壁面1Hはストレートに形成されており、その壁面1H間の内径は、例えば250mmに設定されている。また、種結晶收容部1Eの内径は例えば20mmに設定されている。

【0022】

ここで、本実施形態のルツボ1においては、種結晶收容部の内部温度を測定する温度検出手段として、種結晶收容部1Eの側面の近傍位置に、熱電対1CAと熱電対1CBとが垂直方向に互いに隔離して配置されている。この場合、ルツボ本体1Aの素材である高純度カーボン材は多孔質構造を有しているため加工しやすく、ルツボ内の温度に影響を与えない程度の熱電対挿入用の穴を好適に開けることができる。そして、高純度カーボン材は、熱電対に通常用いられる金属と反応を有さないため、熱電対をルツボ1内に好適に設置することができる。

【0023】

このとき、熱電対1CA、1CBとしては白金ロジウム合金を用いた熱電対であることが好ましい。このような熱電対は高温での精密測定に適しており、好適に種結晶收容部の

内部温度を測定することができるからである。白金ロジウムを用いた熱電対としては、例えば J I S - B 型 (+脚: ロジウム 30% を含む白金ロジウム合金、-脚: ロジウム 6% を含む白金ロジウム合金) が挙げられる。

【0024】

このような 2 つの熱電対によって、熱電対 1 C A 及び熱電対 1 C B の設置された位置と、熱電対 1 C A 及び熱電対 1 C B から測定された温度とを基に、種結晶収容部 1 E の温度勾配を導き出すことができ、種結晶 S の融点を示す位置を割り出すことによって、種結晶収容部 1 E の種結晶 S の溶融部分と未溶融部分との境界位置を容易に定めることができる。

【0025】

さらに、熱伝対 1 C A は、結晶収容部の深さの 25 ~ 50% に相当する高さだけ種結晶収容部 1 E の底端の高さ位置から上方の位置に配置され、熱電対 1 C B が、種結晶収容部 1 E の深さの 60 ~ 80% に相当する高さだけ種結晶収容部 1 E の底端の高さ位置から上方の位置に配置されていることが好ましい。この場合、熱伝対 1 C A 及び熱電対 1 C B によって温度測定される種結晶収容部 1 E の 2 箇所挟まれた範囲内まで種結晶が溶融されると、その後の単結晶の育成が好適に行われる。そしてこのような状態にあるかどうかは、種結晶収容部 1 E の温度勾配を導き出さなくとも、熱伝対 1 C A 及び熱電対 1 C B から計測される温度の間に種結晶 S の融点が存在するかどうかだけで容易に判断できる。

【0026】

次に、上記ルツボ 1 を用いたフッ化カルシウム単結晶の育成方法について説明する。

【0027】

まずルツボ 1 を用意し、蓋部材 1 B を取り外して、ルツボ 1 の種結晶収容部 1 E にフッ化カルシウムからなる種結晶 S を収容する。その後、フッ化カルシウムの原料 M を原料収容部 1 D に収容し、蓋部材 1 B でルツボ本体 1 A の原料収容部 1 D を閉じる。このとき、ルツボ 1 はシャフト 2 B により下降された状態にある。

【0028】

次に、真空 V B 炉 2 内を 10^{-4} Pa 以下に減圧し、主ヒータ 2 A A を 1600°C 前後に加熱する。そして、シャフト 2 B により 10 mm/h 程度の微速度でルツボ 1 を上昇させ、10 時間ほど上昇位置に保持する。

【0029】

このとき、熱電対 1 C A 及び熱電対 1 C B によって種結晶収容部 1 E の内部温度を計測し、この内部温度に基づいて、種結晶 S の溶融部分と未溶融部分との境界位置が種結晶収容部 1 E の底端から所定の高さの範囲内にあると判断された場合に、ルツボ 1 の加熱を終了する。この所定の高さの範囲というのは、種結晶収容部 1 E の深さの 25% に相当する高さだけ種結晶収容部 1 E の底端から上方の第 1 位置と、種結晶収容部 1 E の深さの 80% に相当する高さだけ種結晶収容部 1 E の底端から上方の第 2 位置とに挟まれた範囲であることが好ましい。さらに、第 1 位置が種結晶収容部 1 E の深さの 40% に相当する高さだけ種結晶収容部 1 E の底端から上方にあり、第 2 位置が種結晶収容部 1 E の深さの 70% に相当する高さだけ種結晶収容部 1 E の底端から上方にあることがより好ましく、第 1 位置が種結晶収容部 1 E の深さの 50% に相当する高さだけ種結晶収容部 1 E の底端から上方にあり、第 2 位置が種結晶収容部 1 E の深さの 60% に相当する高さだけ種結晶収容部 1 E の底端から上方にあることが特に好ましい。これによって、未溶融部分の種結晶の結晶面に沿ってフッ化カルシウムの単結晶が好適に育成される状態となるからである。

【0030】

ルツボ 1 の加熱を終了した後、続いて、ルツボ 1 をシャフト 2 B により 1.0 mm/h 程度の極微速度で下降させ、5 時間ほど真空 V B 炉 2 内の下降位置に保持する。これにより、溶融したフッ化カルシウムの原料 M が冷却して、種結晶 S の例えば (111) 方位の結晶面に沿って単結晶に育成し、目的のフッ化カルシウム単結晶が得られる。

【0031】

以上、本発明の好適な実施形態について詳細に説明したが、本発明は上記実施形態に限

定されないことは言うまでもない。また、ルツボ1はフッ化カルシウム単結晶の育成のみに限らず、他の単結晶の育成にも利用することができる。

【0032】

例えば、本実施形態ではルツボ1がシャフト2Bを介して極微速度で上昇されることにより、フッ化カルシウムの原料Mを溶融しているが、あらかじめルツボ1がシャフト2Bで上昇された状態で、主ヒータ2AAを制御してルツボ1を加熱した場合も、本実施形態と同様の作用を得ることができる。

【0033】

また、原料収容部1Dの側面の近傍位置にさらに熱電対を配置していれば、原料収容部1D内の内部温度を計測することができ、例えば主ヒータ2AA及び副ヒータ2ABの温度調節を行い易くできる。また、ウォータジャケット1Gに温度計を配置していれば、冷却水の温度調節を容易に行うことができ、種結晶Sの下部を冷却する温度をより一定に保つことができる。

【0034】

また、原料収容部1Dと種結晶収容部1Eとの境界面が凸曲面1Lよりも下部にある場合、凸曲面1Lと種結晶収容部1Eの壁面1Kとに挟まれた面の近傍位置と、種結晶収容部1Eの壁面1Kの近傍位置にそれぞれ熱電対を配置しても、種結晶収容部1Eの温度勾配を導き出すことができる。

【0035】

また、本実施形態ではルツボ1内に熱電対を2つ配置したが、種結晶収容部1Eの深さの25%に相当する高さだけ種結晶収容部1Eの底端から上方の第1位置と、種結晶収容部1Eの深さの80%に相当する高さだけ種結晶収容部1Eの底端から上方の第2位置とに挟まれた範囲内の種結晶収容部1Eの側面の近傍位置に熱電対を1つだけ配置してもよい。この場合、熱電対の温度が種結晶Sの融点に達すると、種結晶収容部1Eの種結晶Sの溶融部分と未溶融部分との境界位置が熱電対の温度計測位置に達したことになるので、このときにルツボ1の加熱を終了すると、未溶融部分の種結晶の結晶面に沿ってフッ化カルシウムの単結晶が好適に育成される。なお、第1位置及び第2位置のより好ましい位置、特に好ましい位置は本実施形態と同様である。

【実施例1】

【0036】

以下本発明の実施例を説明する。本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0037】

(実施例1)

ルツボとして、高純度カーボン製で外径 $\phi 175\text{ mm}$ ×高さ 325 mm （うち単結晶収容部の内径 $\phi 10\text{ mm}$ ×高さ 100 mm ）で、単結晶収容部の底端から 50 mm 上方、単結晶収容部の底端から 95 mm 上方、及び、原料収容部付近の3箇所それぞれ径 $\phi 3.5\text{ mm}$ ×長さ 80 mm の熱電対（JIS-B型）を取り付けたものを用意した。

【0038】

ルツボ内部が空の状態、真空VB炉内を 10^{-4} Pa 以下に減圧し、主ヒータ及び副ヒータでルツボを加熱したときのルツボの位置と熱電対の温度との関係を図3に示す。ルツボの位置12は最初、図1の位置にあり、時間とともにルツボを下降させた。主ヒータの温度10は 1500°C に維持し、副ヒータの温度11は 950°C 付近まで上昇させて、その後温度調節を行った。この場合、単結晶収容部の底端から 50 mm 上方にある熱電対の温度13、単結晶収容部の底端から 95 mm 上方にある熱電対の温度14、及び、原料収容部付近にある熱電対の温度15の、すなわちルツボの3箇所の温度は、主ヒータの温度10、副ヒータの温度11、及び、ルツボの位置12と相関関係を持つことが分かる。

【0039】

さて、上記のルツボに、種結晶として高純度フッ化カルシウム単結晶（日立化成工業（株）製、直径 $\phi 10\text{ mm}$ ×長さ 100 mm 、長さ方向の結晶方位（111））を種結晶収容部に収容し、さらにフッ化カルシウムの原料として高純度フッ化カルシウム粉末（ステ

ラケミファ（株）製）を原料収容部内に収容した。また、フッ化カルシウムの原料には添加剤として、高純度フッ化亜鉛粉末（ステラケミファ（株）製）を混合させた。このとき、ルツボの位置は最も降下された状態にした。

【0040】

その後、真空VB炉内を 10^{-4} Pa以下に減圧し、主ヒータを 1500°C 前後まで加熱して、ルツボの位置を 10 mm/h の速度で上昇させ、上昇位置に10時間程度保持した。このとき、熱電対で各部位の温度を計測して、種結晶収容部に収容された種結晶の熔融部分と未熔融部分との境界位置が、種結晶収容部の底端から 50 mm 上方の位置にきたときに主ヒータの加熱を停止し、ルツボの位置を 0.7 mm/h 以下の速度で下降させて、真空VB炉内の下降位置に5時間保持した。その後、真空VB炉内を $50\sim 100^{\circ}\text{C/h}$ の速度で冷却した。ルツボ内の温度が 50°C 以下になったら、真空VB炉内に窒素を大気圧になるまで入れ、ルツボ内の結晶を取り出した。

【0041】

（実施例2～6）

主ヒータ及び副ヒータの加熱を停止したときの、種結晶収容部に収容された種結晶の熔融部分と未熔融部分との境界位置を、種結晶収容部の底端から 80 mm 上方の位置とする以外は実施例1と同様にして、実施例2のフッ化カルシウムの結晶を得た。また、主ヒータ及び副ヒータの加熱を停止したときの、種結晶収容部に収容された種結晶の熔融部分と未熔融部分との境界位置を、種結晶収容部の底端から 70 mm 上方の位置とする以外は実施例1と同様にして、実施例3のフッ化カルシウムの結晶を得た。また、主ヒータ及び副ヒータの加熱を停止したときの、種結晶収容部に収容された種結晶の熔融部分と未熔融部分との境界位置を、種結晶収容部の底端から 60 mm 上方の位置とする以外は実施例1と同様にして、実施例4のフッ化カルシウムの結晶を得た。また、主ヒータ及び副ヒータの加熱を停止したときの、種結晶収容部に収容された種結晶の熔融部分と未熔融部分との境界位置を、種結晶収容部の底端から 40 mm 上方の位置とする以外は実施例1と同様にして、実施例5のフッ化カルシウムの結晶を得た。また、主ヒータ及び副ヒータの加熱を停止したときの、種結晶収容部に収容された種結晶の熔融部分と未熔融部分との境界位置を、種結晶収容部の底端から 25 mm 上方の位置とする以外は実施例1と同様にして、実施例6のフッ化カルシウムの結晶を得た。

【0042】

（比較例1, 2）

主ヒータ及び副ヒータの加熱を停止したときの、種結晶収容部に収容された種結晶の熔融部分と未熔融部分との境界位置を、種結晶収容部の底端から 85 mm 上方の位置とする以外は実施例1と同様にして、比較例1のフッ化カルシウムの結晶を得た。また、主ヒータ及び副ヒータの加熱を停止したときの、種結晶収容部に収容された種結晶の熔融部分と未熔融部分との境界位置を、種結晶収容部の底端から 20 mm 上方の位置とする以外は実施例1と同様にして、比較例2のフッ化カルシウムの結晶を得た。

【0043】

実施例1～6、比較例1, 2のフッ化カルシウムの結晶において、各々その結晶を90°ずらした2枚の偏向フィルムで挟み、照明機で照明した場合の光の透過状態を目視で観察し、光の透過が見られないものを単結晶、透過部分があるものを多結晶と判断し、さらに切断機で円盤状（ $\phi 150\text{ mm}\times$ 厚さ 100 mm ）に加工し、鏡面研磨機で研磨した後、同様に単結晶か多結晶かを再確認した。その後、X線ラウエ法で結晶方位を確認した。各方法の判定は、得られた結晶が多結晶である場合を不良とし、単結晶部分、すなわち種結晶と同じ結晶方位（111）である部分の体積が50体積%未満である場合も不良とし、試験数（10個）に対する不良個数を評価した。実施例1～6、比較例1, 2の実施条件とその結果を図4にまとめて示した。

【0044】

図4より明らかなように、実施例1及び実施例4がフッ化カルシウム単結晶の歩留りが特に良好であり、実施例3及び実施例5がフッ化カルシウム単結晶の歩留りが次に良好で

あり、実施例 2 及び実施例 6 がフッ化カルシウム単結晶の歩留りがその次に良好であることがわかった。また、比較例 1 及び比較例 2 においては、フッ化カルシウムの結晶状態が多結晶となってしまう、単結晶を得ることができなかった。

【図面の簡単な説明】

【0045】

【図 1】本発明の実施形態に係るルツボを備えた真空 V B 炉の概略構造を示す模式図である。

【図 2】図 1 に示した一実施形態に係るルツボの構造を示す断面図である。

【図 3】本発明の実施例に係るルツボを備えた真空 V B 炉における、ルツボの位置とヒータの温度と熱電対の温度との関係図である。

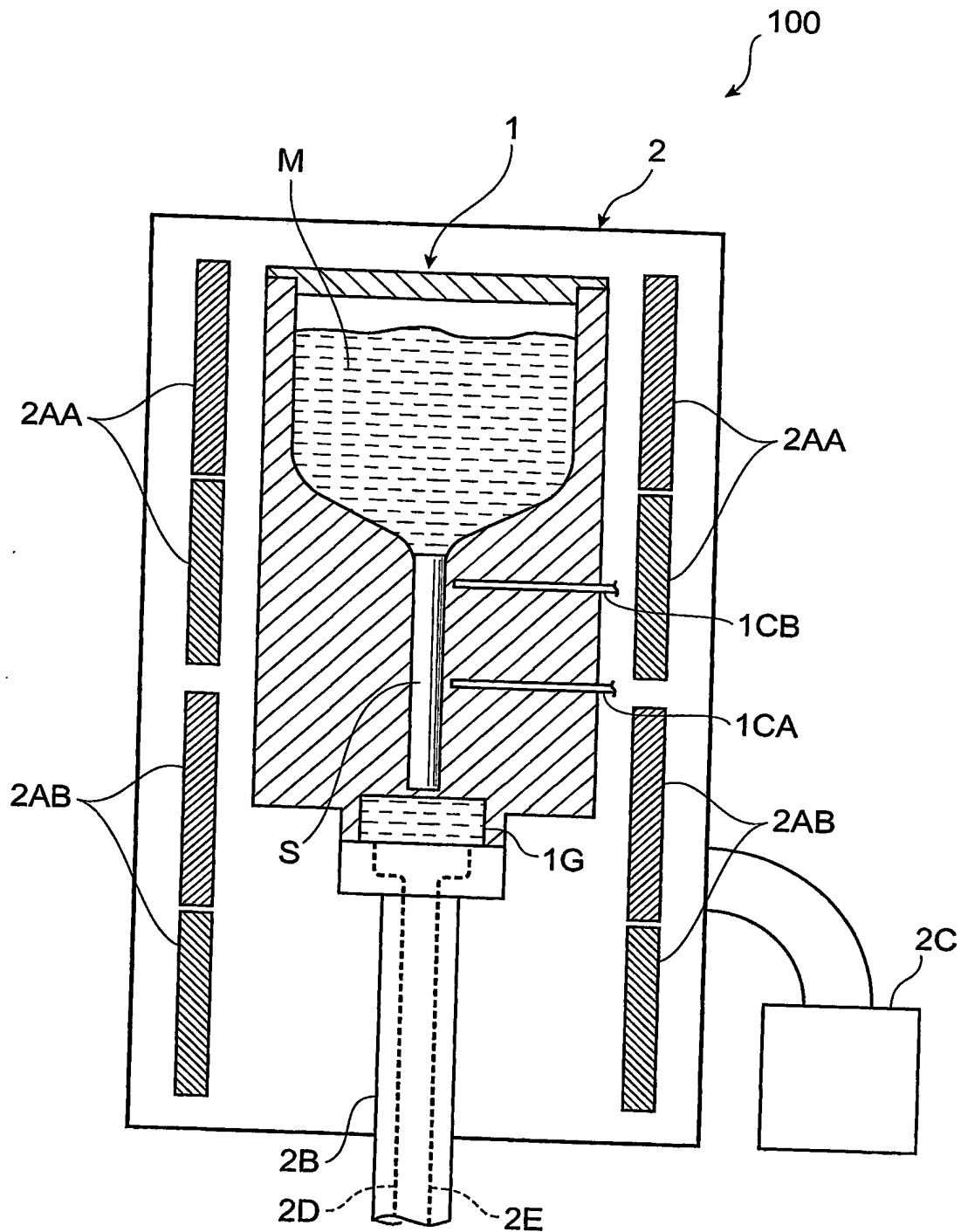
【図 4】本発明の実施例 1 ～ 6、比較例 1, 2 に係る結晶状態、歩留りの試験結果である。

【符号の説明】

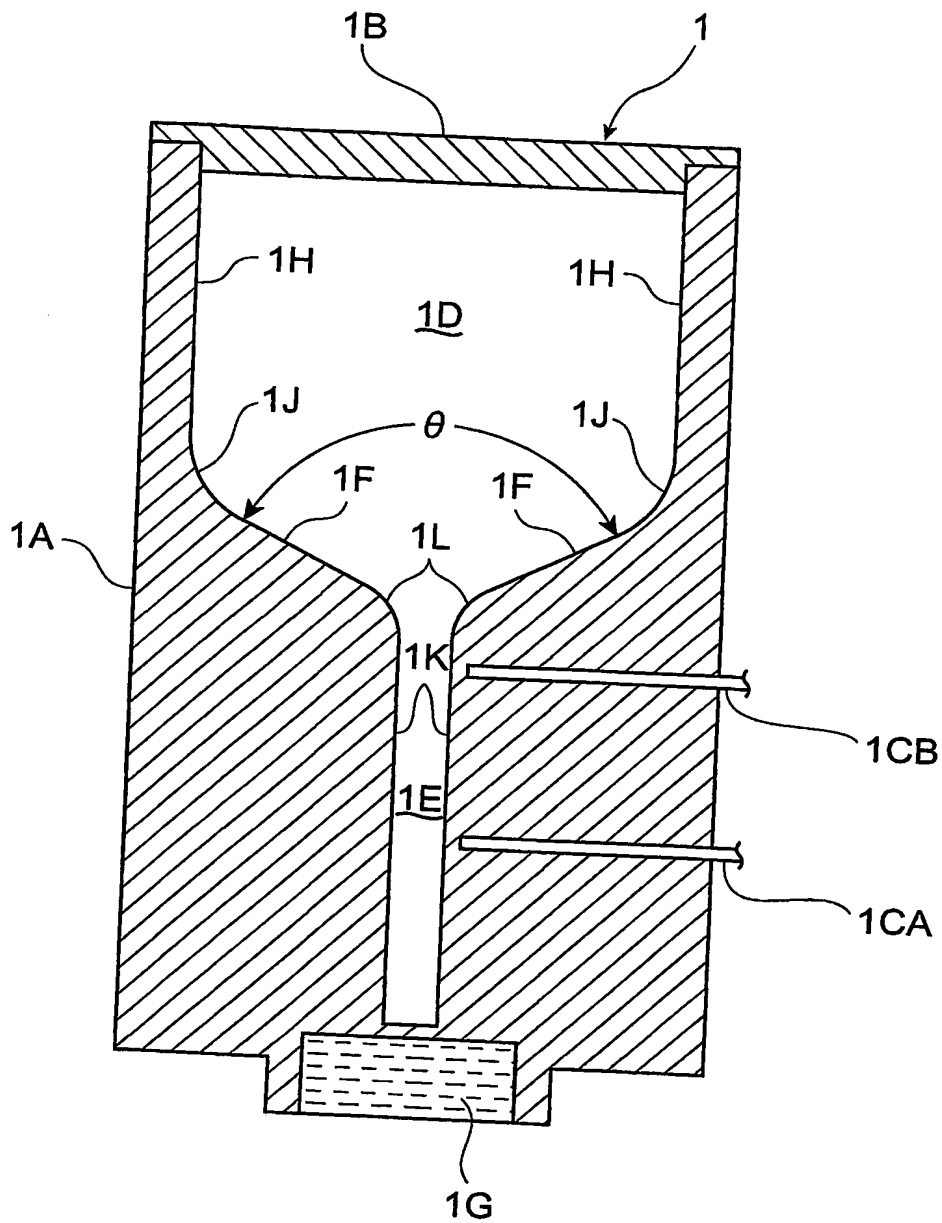
【0046】

1…ルツボ、1 A…ルツボ本体、1 C A, 1 C B…熱電対（温度検出手段）、1 D…原料収容部、1 E…種結晶収容部、1 K…種結晶収容部の壁面、2…真空 V B 炉（結晶成長装置の炉）、1 0 0…結晶成長装置、M…フッ化カルシウムの単結晶の原料、S…フッ化カルシウムの種結晶。

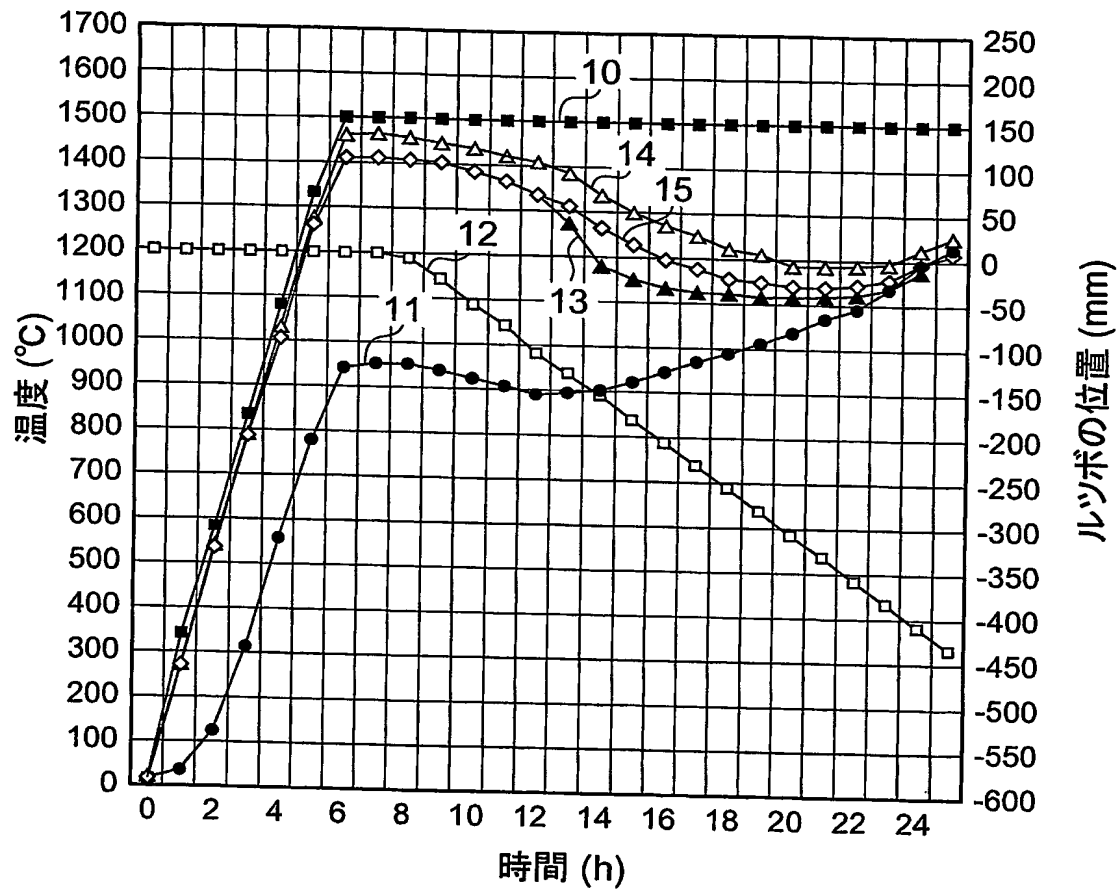
【書類名】 図面
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【図 4】

	加熱停止時の種結晶の溶融部分と未溶融部分との境界位置[種結晶収容部の底端からの高さ](mm)	作製された結晶の状態	不良個数(50体積%未満の数)
実施例1	50	単結晶あり	2/10
実施例2	80	単結晶あり	5/10
実施例3	70	単結晶あり	3/10
実施例4	60	単結晶あり	3/10
実施例5	40	単結晶あり	3/10
実施例6	25	単結晶あり	5/10
比較例1	85	多結晶	7/10
比較例2	20	多結晶	8/10

【書類名】要約書

【要約】

【課題】 種結晶収容部における種結晶の溶融部分と未溶融部分との境界位置を容易に定めることができるルツボを提供する。

【解決手段】 単結晶を育成するためのルツボ 1 において、種結晶を収容する垂直方向に延びる有底の種結晶収容部 1 E と、単結晶の原料を収容する原料収容部 1 D であって、種結晶収容部 1 E の上方に配置され、種結晶収容部 1 E と連通する原料収容部 1 D と、種結晶収容部 1 E の内部温度を検出するための温度検出手段 1 C A, 1 C B とを備える。

【選択図】 図 2

特願 2003-336015

ページ: 1/E

出願人履歴情報

識別番号

[000004455]

1. 変更年月日
[変更理由]
住所
氏名

1993年 7月27日
住所変更
東京都新宿区西新宿2丁目1番1号
日立化成工業株式会社